UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN facultad de ingeniería mecánica y eléctrica



PROCESAMIENTO Y ESTUDIO PRELIMINAR DE UN MATERIAL COMPUESTO DE MATRIZ AlSi₁₀Mg REFORZADO CON NANOPARTÍCULAS DE TI MEDIANTE ALEADO MECÁNICO

POR VALENTINA SÁNCHEZ RICO

COMO REQUISITO PARCIAL PARA OBTENER EL GRADO DE MAESTRÍA EN INGENIERÍA AERONÁUTICA CON ORIENTACIÓN EN MATERIALES

FEBRERO, 2020

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA SUBDIRECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO



PROCESAMIENTO Y ESTUDIO PRELIMINAR DE UN MATERIAL COMPUESTO DE MATRIZ AlSi₁₀Mg REFORZADO CON NANOPARTÍCULAS DE TI MEDIANTE ALEADO MECÁNICO

POR VALENTINA SÁNCHEZ RICO

COMO REQUISITO PARCIAL PARA OBTENER EL GRADO DE MAESTRÍA EN INGENIERÍA AERONÁUTICA CON ORIENTACIÓN EN MATERIALES

DIRECTOR DE TESIS DRA. PATRICIA DEL CARMEN ZAMBRANO ROBLEDO

CODIRECTOR DE TESIS DR. JOSUÉ AMÍLCAR AGUILAR MARTÍNEZ

SAN NICOLÁS DE LOS GARZA, NUEVO LEÓN, MÉXICO

FEBRERO DE 2020





FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA

SUBDIRECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO

Los miembros del Comité de Tesis recomendamos que la Tesis Procesamiento y estudio preliminar de un material compuesto de matriz AlSi10Mg reforzado con nanopartículas de Timediante aleado mecánico realizada por el alumno Valentina Sánchez Rico con número de matricula 1940836, sea aceptada para su defensa como opción al grado de Maestría en Ingeniería Aeronáutica con orientación en: Materiales

Dra. Patricia del Carmen Zambrano Robledo Director

Dr. Luis Arturo Reves Osorio

Revisor

Et Comité de Tesis

Dr. Josué Amilcar Aguilar Martínez

Co-Director

SID.

Dra. Marla Berenice Hernández Hernández Revisor

Vo. Bo.

Dr. Simon Martínez Martínez Subdirector de Estudios de Posgrado

San Nicolás de los Garza, Nuevo León, Febrero de 2020

Dedicatoria

Voy a dedicar este trabajo a las personas que son mi mundo y mi vida, las que me han hecho feliz...así que, mis personas favoritas y, a las que les va esta dedicatoria son a mis adorados y espectaculares papás, mis dos hermosas y sexys hermanitas y mi encantador novio; ellos son la razón de terminar este proyecto.

Agradecimientos

Quiero darle un especial agradecimiento a mis padres y a mis hermanas, a mi novio, mi asesor de tesis la doctora Patricia del Carmen Zambrano Robledo, a mi coasesor el doctor Josué A. Aguilar Martínez, al doctor Sergio García Villareal, a mis amigos, Martin, Yuli, Juan Daniel, a la institución que permitió mi estancia y estudios en México, al CONACYT por otorgarme la beca de estudios de posgrados. A todos los antes mencionados muchas gracias por su apoyo incondicional, ya que gracias a su ayuda pude llevar a fin termino este proyecto, solo a ustedes, infinitas gracias.

RESUMEN

Los materiales compuestos de matriz metálica reforzados con metales se diseñan con la intención de combinar las diferentes propiedades mecánicas que existen entre los metales, a fin de obtener un material compuesto más completo para las diferentes industrias. El objetivo de este trabajo es fabricar un material compuesto AlSi10Mg/NPTsTi para mejorar la resistencia al desgaste y la dureza. Este material compuesto se fabricó mediante aleación mecánica con dos tiempos de molienda (5 y 10 horas) y con diferentes porcentajes de nano partículas de titanio, los cuales fueron 0%, 5%, 7.5% y 10%, a una velocidad de 1800 rpm y con una relación de peso de bolas a peso de polvo de 3:1. Posterior a la molienda mecánica se procedió a prensar 1g de cada polvo obtenido en una prensa uniaxial a 4 toneladas durante 5 minutos. Obtenidas las pastillas se continuó con el sinterizado al 60%, 70% y 80% de la temperatura de fundición del aluminio y luego con el lijado de estas (también se dejaron unas muestras en verde), para realizar su posterior caracterización. Los resultados obtenidos de la resistencia al desgaste realizado en las muestras sin sinterizar, exponen que con la carga de 5N hay un mayor desgaste que con las cargas de 1N y 3N y que las horas de molienda ni la adición de las NPTsTi tienen un impacto significativo en los resultados. Los resultados de la dureza Vickers muestran que con la adición de las nano partículas y con el sinterizado, esta disminuye; por otra parte, mediante el SEM y DRX se observó la creación de nuevas fases como el óxido de magnesio y el óxido de titanio además de observase en ciertas microestructuras algunos poros. En base a los resultados obtenidos, con la adición de las NPTsTi a la aleación de aluminio y sin estas, la resistencia al desgaste no se ve afectada por la adición de estas, mientras que la dureza decrementa al adicionarle las nano partículas de titanio y con el proceso de sinterización debido a la saturación que se presentó en el material por parte de las nano partículas de titanio.

Abstract

Metal matrix reinforced metal composite materials are designed with the intention of combining the different mechanical properties that exist between metals, in order to obtain a more complete composite material for different industries. The objective of this work is to manufacture an AlSi10Mg / NPTsTi composite material to improve wear resistance and hardness. This composite material was manufactured by mechanical alloy with two grinding times (5 and 10 hours) and with different percentages of titanium nano particles, which were 0%, 5%, 7.5% and 10%, at a speed of 1800 rpm and with a ratio of ball weight to powder weight of 3: 1. After mechanical grinding, 1g of each powder obtained in a 4 ton uniaxial press was pressed for 5 minutes. Once the tablets were obtained, the sintering process was continued at 60%, 70% and 80% of the melting temperature of the aluminum and then with the sanding of these (samples were also left in green), to carry out their subsequent characterization. The results obtained from the wear resistance made in the sintered samples show that with the 5N load there is a greater wear than with the 1N and 3N loads and that the grinding hours and the addition of the NPTsTi have a significant impact in the results. The results of the Vickers hardness show that with the addition of the nano particles and with the sintered one, it decreases; on the other hand, through the SEM and DRX the creation of new phases such as magnesium oxide and titanium oxide was observed in addition to observing some pores in certain microstructures. Based on the results obtained, with the addition of the NPTsTi to the aluminum alloy and without these, the wear resistance is not affected by the addition of these, while the hardness decreases when the titanium nano particles are added and with the sintering process due to the saturation that was presented in the material by the titanium nano particles.

TABLA DE CONTENIDO

CAPITULO 1: INTRODUCCIÓN	13
1. INTRODUCCIÓN	14
1.1 GENERALIDADES	14
1.2 HIPÓTESIS	16
1.3 OBJETIVOS	16
1.3.1 Objetivo General	16
1.3.2 Objetivos Específicos	17
1.4 JUSTIFICACIÓN	17
1.5 ANTECEDENTES	18
CAPITULO 2: FUNDAMENTOS TEÓRICOS	22
2. MARCO TEÓRICO	23
2.1 MATERIALES COMPUESTOS EN LA AERONÁUTICA	23
2.1.1 Tipos de materiales compuestos	24
2.1.1.1 Compuestos de matriz metálica (CMM)	28
2.1.1.2 Compuestos de matriz cerámica (CMC)	28
2.1.1.3 Compuestos de matriz polimérica (CMP)	29
2.1.2 Clasificación de los materiales compuestos	
2.1.2.1 Reforzado con partículas	
2.1.2.2 Reforzado con fibras	31
2.1.2.3 Estructural	32
2.2 MÉTODOS DE PROCESAMIENTO DE LOS MATERIALES	
COMPUESTOS DE MATRIZ METÁLICA	
2.2.1 Procesamiento en dos fases	
2.2.1.1 Reofusión	34

2.2.1.2 Deposición por atomización	35
2.2.2 Estado sólido	36
2.2.2.1 Metalurgia de polvos	36
2.2.3 Fase líquida	37
2.2.3.1 Mezclado	
2.2.3.1 Infiltración asistida	
2.2.3.2 Infiltración no asistida	
2.3 TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN	40
2.3.1 Microestructural	41
2.3.1.1 Microscopia electrónica de barrido (MEB)	41
2.3.1.2 Difracción de rayos x (DRX)	42
2.3.2 Mecánica	43
2.3.2.1 Tribología	44
2.3.2.2 Microdureza	45
CAPITULO 3: PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	46
3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	47
3.1 MATERIALES	47
3.2 TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN	49
3.2.1 Tribología	49
3.2.2 Difracción de rayos X	51
3.2.3 Microdureza	51
3.2.4 Microscopia Electrónica de Barrido (MEB)	52
CAPITULO 4: RESULTADOS Y DISCUSIÓN	54
4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	55
4.1 COMPORTAMIENTO MECÁNICO	55

4.1.1 Prueba de desgaste (tribología)	55
4.1.2 Prueba de microdureza	57
4.2 ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL	59
4.2.1 Microscopio electrónico de barrido (MEB)	59
4.2.1 Difracción de rayos X (DRX)	62
CAPÍTULO 5: CONCLUSIONES	65
5. CONCLUSIONES	66
6. BIBLIOGRAFÍA	67

TABLA DE FIGURAS

Figura 1. Esfuerzo específico de fractura para diferentes materiales [25]26				
Figura 2. Curvas de vida de esfuerzos por fatiga para diferentes materiales [26]26				
igura 3. Material compuesto estructural tipo panel sándwich32				
Figura 4. Fabricación de materiales compuestos por reofusión [39]34				
Figura 5. Proceso de manufactura de un MMC a través de deposición por atomización				
[39]				
Figura 6. Procesamiento de un compuesto a través de metalurgia de polvos [41]37				
Figura 7. Esquema del proceso de infiltración asistida [45]				
Figura 8. Representación esquemática de la infiltración de un líquido en un medio				
poroso [51]40				
Figura 9. Diferentes arreglos cristalinos de los materiales [55]42				
Figura 10. Dispersión de 2 rayos en fase, cuando el ángulo de incidencia y dispersión				
son iguales [55]43				
Figura 11. Molino mezcladora MM 400 marca Retsch47				
Figura 12. Prensa uniaxial marca TRUPERFigura 13. Horno Nabertherm.49				
Figura 14. Equipo pin-on-disc usado para tribología49				
Figura 15. Equipo PANalytical Empyrean51				
Figura 16. Durómetro MATZUZAWA MMT-X752				
Figura 17. Microscopio electrónico de barrido usado para medir el tamaño de la huella				
de desgaste53				
Figura 18. Microscopio electrónico de barrido JSM-6510LV53				
Figura 19 (a-f). Gráficas de coeficiente de fricción vs distancia recorrida de las muestras				
con los diferentes porcentajes de NPTs de Ti a diferentes cargas y tiempos de molienda.				
(a) 1N-5h, (b) 3N-5h, (c) 5N-5h, (d) 1N-10h, (e) 3N-10h, (f) 5N-10h56				
Figura 20. Gráfica de Volumen perdido vs % NPTsTi a diferentes cargas y horas de				
molienda. (a) 5 horas de molienda, (b) 10 horas de molienda57				
Figura 21. Gráfica de dureza HV vs % de NPTsTi. a) 5 horas de molienda, en verde y				
sinterizadas al 60, 70 y 80 % de la temperatura de fundición del aluminio b) 10 horas de				
molienda, en verde y sinterizadas al 60, 70 y 80 % de la temperatura de fundición del				
aluminio				

Figura 22. Imágenes SEM comparativas entre temperaturas de sinterización y sin	
sinterizar con diferentes %s de nanopartículas de titanio al mismo tiempo de molienda	
(5h) y con magnificación de 400X	60
Figura 23. Imágenes SEM comparativas entre temperaturas de sinterización y sin	
sinterizar con diferentes %s de nanopartículas de titanio al mismo tiempo de molienda	
(10 h) y con magnificación de 400X	61
Figura 24 a-h. Difractogramas de las muestras en verdes y las sinterizadas con sus	
respectivas horas de molienda	63

CAPITULO 1: INTRODUCCIÓN

1. INTRODUCCIÓN

En este capítulo se describe los antecedentes en el que se enmarca de forma general el proyecto, también, se describe la hipótesis, el objetivo general y los objetivos específicos para comprobar la propuesta inicial de la investigación, además de referir el porqué de realizar la actual investigación.

1.1 GENERALIDADES

En la actualidad, las diferentes industrias han tenido la necesidad de ir mejorando cada vez más en sus procesos, sus materias primas, entre otros aspectos, debido al crecimiento tecnológico que ha ido en aumento en la última década. Algunas de las industrias a las cual se les atribuyen avances tecnológicos son a la aeronáutica y la industria aeroespacial, pero, aun así, se sigue en la búsqueda del mejoramiento en dicha industria.

Una de las mejoras más importantes en la industria aeronáutica ha sido la implementación de los materiales compuestos en diversas partes de las aeronaves debido a la versatilidad que brindan estos materiales.

Por ejemplo, los materiales compuestos de aleación de aluminio como matriz y reforzados con materiales metálicos son en la actualidad los materiales que se prefieren para las industrias aeroespaciales y automotrices, ya que se obtienen propiedades ideales para este tipo de industrias, como lo son la resistencia y baja densidad. Los materiales compuestos de matriz metálica (MMCs) forman un grupo de materiales de los más estudiados en las dos últimas décadas. Una de las causas por la que se desarrollaron los materiales compuestos es la obtención de propiedades imposibles de conseguir con un material monolítico. El diseño óptimo de un componente demanda un conjunto de propiedades, como, por ejemplo, una alta rigidez o resistencia con mínimo peso o mínimo costo; o bien en el diseño de propiedades termo mecánicas una máxima transferencia de calor junto con una mínima distorsión térmica, o todas estas propiedades juntas. Los materiales que cumplen óptimamente con estas combinaciones son los que habitualmente son fabricados [1].

El objetivo involucrado en el diseño de materiales compuestos de matriz metálica es combinar los atributos deseables de metales junto con las propiedades de otros metales. La adición de partículas metálicas de alta resistencia y alto módulo a una matriz de metal dúctil produce un material cuyas propiedades mecánicas son intermedias entre la matriz de aleación y el refuerzo metálico. Los metales tienen una combinación útil de propiedades tales como alta resistencia, ductilidad y resistencia a altas temperaturas.

Una técnica de procesamiento de los CMM es el método de pulvimetalurgia o metalurgia de polvos, en el que se aprovechan las ventajas de utilizar el metal en estado sólido en forma de polvos finos y que al compactarse estos, se forma la pieza. Este método de procesamiento tiene algunas ventajas sobre la producción de pieza mediante la fundición, como son el conformado de piezas con reducido mecanizado, ahorro de material y la facilidad de crear piezas en serie [2]. En general, la pulvimetalurgia usa polvos metálicos con ciertas características como tamaño, forma y empaquetamiento para luego obtener una pieza de alta dureza y precisión. Algunos pasos claves incluyen la compactación del polvo y la siguiente unión térmica de las partículas por medio de la sinterización [3]. También se debe tener en cuenta que las propiedades resultantes se pueden adaptar para cumplir con los requisitos prácticos mediante la adición de elementos de aleación apropiados [4].

Por otra parte, los desafíos técnicos encontrados durante la fabricación de materiales compuestos por pulvimetalurgia, mediante molienda mecánica son la contaminación por el desgaste de contenedor y el medio de molienda, el proceso es largo, la distribución de tamaños es amplia y la difícil obtención de tamaños pequeños [4].

En el proceso de la metalurgia de polvos no siempre se utiliza el calor, pero cuando sí se utiliza, debe mantenerse debajo de la temperatura de fusión de los metales con los que se está trabajando. Cuando se aplica calor en el proceso subsecuente de la metalurgia de los polvos se le llama sinterizado, el cual genera la unión de partículas finas, causando la mejora de la resistencia de los productos y otras de sus propiedades [5, 6].

A la fecha no se ha encontrado trabajos relacionados con materiales compuestos AlSi10Mg/NPTsTi realizados mediante molienda mecánica.

Teniendo en cuenta lo anterior, el objetivo del trabajo es fabricar un cómposito de AlSi10Mg/NPTsTi para la posterior caracterización a través de pruebas mecánicas como tribología y microdureza con el propósito de determinar si la adición de las nano partículas de titanio mejora la resistencia al desgaste y la dureza de la aleación de aluminio.

En el caso de la prueba de tribología, los resultados permiten determinar el coeficiente de fricción de las muestras contra la distancia recorrida y posteriormente, mediante cálculos, se puede obtener la pérdida de volumen, masa y el coeficiente de desgaste que puede tener este compuesto cuando se someta a ciertas cargas.

Por otra parte, los resultados de la prueba de microdureza permiten conocer la resistencia del material a ser penetrado.

Con el logro del procesamiento de este material compuesto descrito anteriormente, se pretende beneficiar principalmente a la industria aeronáutica, dado que el avance en los estudios de este material puede conllevar a mejorar la resistencia al desgaste de los aviones, dando así mayor confiabilidad y rendimiento en la operación. Directamente también aportará a ampliar el campo de investigación de la tribología de este compuesto y otros, dando la oportunidad de brindar una ventaja competitiva a México en la producción de partes aeronáuticas y aeroespaciales.

1.2 HIPÓTESIS

Con la adición de nano partículas de titanio a la matriz de la aleación de aluminio AlSi10Mg y un tratamiento térmico, se aumentará la resistencia al desgaste y la dureza de este.

1.3 OBJETIVOS

1.3.1 Objetivo General

Mejorar la resistencia al desgaste y la dureza de la aleación de aluminio AlSi10Mg con la adición de nano partículas de titanio.

1.3.2 Objetivos Específicos

- Realizar la mezcla de polvos de AlSi10Mg y nano partículas de titanio mediante aleado mecánico (molienda de alta energía).
- Prensar el polvo compuesto obtenido en una prensa uniaxial con 4 toneladas durante 5 minutos.
- Caracterizar mecánicamente las muestras sin sinterizar, mediante la prueba de tribología y microdureza.
- Identificación de las muestras mediante Microscopia electrónica de barrido (SEM), Espectrometría de dispersión de energía de rayos X (EDS) y mediante Difracción de rayos X
- Sinterizar las muestras al 60%, 70% y 80% de la temperatura de fusión de la matriz de la aleación de aluminio y observar el comportamiento de la dureza de estas.

1.4 JUSTIFICACIÓN

La presente investigación tiene como objetivo estudiar el comportamiento tribológico y la microdureza de un material compuesto de matriz de aluminio AlSi₁₀Mg reforzado con nano partículas de titanio, debido a la necesidad de obtener nuevos materiales que tengan un mejor rendimiento en las aeronaves, para esto se busca que el material tenga una mayor resistencia mecánica y al desgaste como a su vez reducir la densidad del material. Se prevé que la adición de las nano partículas de titanio puede mejorar la resistencia al desgaste y la dureza del aluminio para componentes de uso aeronáutico y aeroespacial, principalmente en los turborreactores, las palas de las turbinas, los cojinetes y las uniones fijadas mecánicamente.

En la industria aeronáutica sigue siendo vigente el reto de hacer aeronaves más ligeras, con mayor capacidad de carga, más confiabilidad y mejor operatividad, todos estos retos están ligados íntimamente con los materiales utilizados en aviación, ya que estos son el eje matriz de toda la operación de las aeronaves, por tanto, es importante ahondar en la investigación de nuevos materiales que puedan ayudar a cumplir con esos

retos y llegar al punto de máxima eficiencia. Con materiales con un mayor desempeño se logra un mejoramiento en las propiedades mecánicas y térmicas de los materiales, permitiendo dar mayor seguridad al vuelo y mejorar la eficiencia de este, logrando así menores tiempos en el aire, menor consumo de combustible y un ahorro económico en los costos de operación de las aeronaves, buscando así, que esta reducción impacte directamente en la economía del consumidor.

1.5 ANTECEDENTES

El desarrollo constante de nuevos materiales que puedan satisfacer de mejor manera necesidades tecnológicas, energéticas, estructurales, entre otros, es una constante en el desarrollo de los diferentes campos científicos e industriales.

El desarrollo de los materiales es el eje transversal en los campos del conocimiento científico, ya que de estos depende en gran medida, que los sistemas sean más resistentes, eficaces y confiables en el uso de diferentes aplicaciones.

Dada la diversidad de los ámbitos de aplicación de los materiales, se hace menester, incluir mejoras específicas en cada uno de estos campos, por ejemplo, en el campo de la siderurgia, se requieren materiales más resistentes al calor y a la abrasión, en el campo de la construcción materiales más resistentes y livianos; en ese mismo sentido, para los diferentes campos de la ciencia y la industria se requieren mejoras constantes.

Para el campo específico de la aeronáutica se necesitan cada vez materiales más versátiles, ya que la mayoría de los sistemas son altamente críticos y de no llegar a funcionar adecuadamente, pueden llegar a ocurrir catástrofes, por lo tanto, los materiales deben tener propiedades como alta resistencia a la abrasión, alta resistencia mecánica, baja densidad, altos módulos de elasticidad, adecuados coeficientes de fricción, conductividad térmica, conductividad eléctrica, entre otros. Una buena opción para satisfacer estos requerimientos son los materiales compuestos, debido a que estos materiales se forman a partir de dos o más materiales obteniendo propiedades que no se podrían producir de un material de forma individual [7].

La fabricación y operatividad de las aeronaves deben estar en concordancia con los requerimientos tecnológicos. Para poder poner en operación una aeronave se debe tener en cuenta 5 puntos: El primero es el costo inicial, aquí se deben tener en cuenta los materiales, procesos de manufactura y desarrollo que le dan sustentabilidad al proyecto. El segundo es el mercado, por lo que se debe tener en cuenta los procesos y programas de operación de la aeronave. El tercero es el costo del ciclo, el cual está directamente relacionado con la confiabilidad y mantenimiento de la máquina. El cuarto es el rendimiento, aquí se toman en cuenta factores tales como el peso, la capacidad de carga y la flexibilidad operacional. El quinto punto a tener en cuenta es el impacto ambiental, factores como el ruido, la carga útil, la velocidad y el campo de acceso son parámetros a tener en cuenta en el desarrollo de una aeronave [8].

Teniendo en cuenta los anteriores puntos de desarrollo, se debe notar que el eje transversal en los pasos de fabricación, es la correcta selección de los materiales que van a componer la misma, ya que una correcta selección hará más confiable, eficiente y económicamente más competitiva a la máquina, por tanto, es necesario definir los requisitos mínimos que deben tener los nuevos materiales, tales como fatiga, tasa de propagación de grieta bajo una carga de amplitud y espectro constante y tenacidad a la fractura en condiciones de tensión [8].

Los principales materiales para la construcción de las aeronaves son las aleaciones de aluminio, materiales compuestos, aleaciones de titanio y aceros, todos ellos representando ventajas de acuerdo con sus propiedades y aplicación en las aeronaves. Las aleaciones de aluminio más usadas en la industria aeronáutica son las series 2000 que es una aleación con alto contenido de cobre y las series 7000 que son una aleación con alto contenido de zinc, adicional a esto se han desarrollado tratamientos térmicos para mejorar y optimizar la relación entre esfuerzos, ductilidad resistencia al crecimiento de grietas por fatiga, rugosidad y resistencia a la corrosión [9]. El uso de aleaciones de aluminio series 2000 son predominantemente para el fuselaje y la superficie inferior de las alas, mientras que las aleaciones series 7000 son usadas principalmente en la parte superior de las alas, largueros en forma de lámina y partes extrusionadas [8].

Las aleaciones de titanio tienen una gran ventaja respecto al acero y es que éstas pesan solo la mitad de lo que pesan comúnmente los aceros, lo que resulta muy atrayente para la industria aeroespacial. Las aleaciones de titanio son utilizadas para el fuselaje, principalmente en componentes de transferencia de alta carga, tal como el soporte para el motor, además se ha utilizado para los accesorios del tren de aterrizaje soportados en el ala. Otros usos no masificados de las aleaciones de titanio son en alerones, secciones del fuselaje y en los soportes del flap, sin embargo, los altos costos de producción han sido un factor limitante en la implementación de estos desarrollos. Otras de las grandes propiedades de las aleaciones de titanio es su alta resistencia a la temperatura y alta resistencia a la corrosión [8, 10].

Los materiales compuestos han significado un cambio relevante en la industria aeronáutica, ya que para sus primeros años lograron reducir en un 10-20 % el peso de las aeronaves, los primeros desarrollos con estos materiales se dieron con los compuestos poliméricos, sin embargo, en sus primeros años representaron un gran desafío para los fabricantes debido a los altos costos de estos y sus procesos de manufactura. Los primeros desarrollos para aplicaciones estructurales se dieron en el ala del avión A310 y posteriormente se probó en el ala y el empenaje del A320 [8, 11].

El uso de materiales compuestos en la aeronáutica ha permitido que las aeronaves sean cada vez más confiables, más livianas y con mayores capacidades de carga; la exposición a ambientes extremos como son temperaturas inferiores al punto de congelamiento de agua con alta densidad de lluvia y alta radiación son agentes que amplifican el riesgo de un accidente, por tanto, todos los materiales utilizados son pensados para dar el mejor rendimiento, con el menor peso y costo posible.

Los materiales compuestos más utilizados en la industria aeronáutica son la fibra de vidrio, la fibra de carbón, fibra de boro y los compuestos aluminio titanio; cada uno de estos materiales responden a necesidades específicas, en la construcción de sistemas o estructuras de las aeronaves, sin embargo todos los materiales compuestos tienen la particularidad que buscan reducir el peso de las aeronaves, esto con el principal objetivo de aumentar la autonomía y mejorar la eficiencia de los aviones [12].

Un material que ha tenido especial desarrollo a lo largo de la historia de la industria aeronáutica es el compuesto de Titanio de matriz metálica. Desde los años 1960 se ha dado un especial desarrollo de este material, ya que teóricamente podría lograr una reducción sustancial en el peso de las aeronaves, sin embargo, dada la dificultad en la producción, la porosidad en el material y el costo no se había logrado introducir adecuadamente en el campo aeronáutico. Los primeros usos de este material en la industria aeronáutica se centraron en el rotor del compresor, ya que la alta resistencia específica del Titanio y el desarrollo de una matriz metálica de aluminio ofrecía la posibilidad de reducir el peso de los componentes hasta un 50% [13].

Los materiales de matriz metálica reforzados con nano partículas son materiales con un gran ámbito de aplicación, debido a la gran variedad de mejoras que se puede lograr en las propiedades del material base del compuesto. Propiedades como resistencia al desgaste, coeficiente de amortiguamiento y esfuerzo mecánico entre otros [14].

Por otra parte, el procesamiento de estos materiales puede llevarse a cabo por diferentes métodos, en este caso se llevó a cabo por medio de la metalurgia de polvos, la cual tiene ciertas ventajas en comparación a otros métodos, como lo son la alta precisión dimensional, no hay necesidad de tener operaciones de acabado y no se desperdicia material. Por ejemplo, la metalurgia de polvos con el titanio ha sido una alternativa potencialmente rentable, debido al bajo costo que este proceso conlleva, además, no se desperdicia titanio, el cual es uno de los materiales más caros en la industria aeronáutica [15]. También ha sido utilizado para hacer polvos compuestos de matriz de aluminio por la facilidad que ofrece a la hora de procesar los polvos [16].

CAPITULO 2: FUNDAMENTOS TEÓRICOS

2. MARCO TEÓRICO

En este capítulo se puede encontrar información acerca de los materiales compuestos en la industria aeronáutica, las bases teóricas necesarias para el proceso de manufactura del material compuesto requerido y, el conocimiento para la realización de su respectiva caracterización microestructural y mecánica.

2.1 MATERIALES COMPUESTOS EN LA AERONÁUTICA

Como ya se había mencionado en los antecedentes, los diferentes tipos de materiales utilizados en la industria aeronáutica tienen aplicaciones específicas de acuerdo con la naturaleza de cada material, siendo el aluminio utilizado por su baja densidad, el titanio por su alta resistencia térmica y los aceros por su alta resistencia mecánica, sin embargo, estos materiales también presentan desventajas inherentes a sus propiedades y composición cristalina. Por tanto, los materiales compuestos han ganado importancia y campo en la industria, debido a que este tipo de materiales tienen una alta versatilidad en sus propiedades mecánicas, térmicas y químicas, debido al alto número de combinaciones que se pueden obtener en los materiales compuestos.

Un material compuesto por definición es la combinación macroscópica de dos o más materiales que son diferentes entre sí, pero que poseen una interface donde se pueden diferenciar cada uno de sus componentes [17].

Pese a que en la naturaleza se encuentran materiales compuestos como lo son el hueso y la madera, actualmente, la mayoría de los materiales compuestos son diseñados y fabricados para aplicaciones puntuales; en el caso de la industria aeronáutica, se busca tener materiales que sean capaces de soportar cargas mecánicas, cargas térmicas y que sean de baja densidad [18].

A pesar de que el uso de los materiales compuestos en la industria aeronáutica parece una novedad, la realidad es que desde el primer vuelo de los hermanos Wright se ha utilizado este material, ya que la estructura del Flyer I (primera máquina voladora a motor) fue hecha con madera, el cual es uno de los materiales compuestos que se pueden encontrar en la naturaleza al igual que el hueso; sin embargo, posteriormente fue reemplazado por otros materiales tales como el aluminio que brindaban una mayor fiabilidad en los vuelos. No fue sino hasta 1960 que los materiales compuestos volvieron a tener protagonismo en la industria aeronáutica, en esta década sus primeros usos se dieron en aviones militares, utilizado principalmente en alerones, puertas y timones [18, 19].

Desde la década de los sesenta los materiales compuestos en la industria aeronáutica han tenido una evolución muy importante, lo que le ha permitido a este tipo de materiales incursionar de forma satisfactoria en múltiples componentes de las aeronaves, tanto civiles como militares. Una de las principales ventajas de estos materiales, como ya se ha mencionado antes, es su versatilidad, por lo que se hace importante hacer una clasificación adecuada de dichos materiales, para dar una idea más clara de los ámbitos de aplicación de las diferentes combinaciones de materiales.

2.1.1 Tipos de materiales compuestos

La idea más generalizada de los materiales compuestos es que estos contienen algún tipo de matriz, la matriz se distingue en el material debido al continuo de su estructura, esta matriz puede ser metálica, cerámica o polimérica y ocupa la mayor porción del material y es la generadora de las propiedades base del material. Típicamente los materiales compuestos se obtienen a partir de un reforzamiento que puede ser de fibras y partículas. Estos reforzamientos pueden ser continuos o discretos, siendo las fibras un reforzamiento continuo, mientras que las partículas son discretas [20].

Al funcionar la matriz con el reforzamiento como un conjunto, es importante ver que cada componente juega un papel muy relevante en el material obtenido. El reforzamiento se encarga primordialmente de soportar la carga, especialmente en los materiales diseñados para soportar cargas estructurales, además de esto, se encarga de proporcionar rigidez, dureza, resistencia mecánica, estabilidad térmica y promover la conducción o el aislamiento eléctrico y térmico [20, 21]. A su vez la matriz cumple la función de transferir la carga a las fibras, darle rigidez y forma a la estructura del material, además, la matriz puede aislar los reforzamientos, con el fin de reducir la propagación de las grietas y proporciona protección contra ataques químicos y daño mecánico, esto implica que el modo de falla queda condicionado por la matriz del material.

Entre las principales ventajas que tienen los materiales compuestos con respecto a materiales utilizados convencionalmente se encuentra que estos tienen la ventaja de acoplarse fácilmente con diferentes materiales, lo que supone, que una pieza que está compuesta por varios componentes metálicos puede ser reemplazado por un solo material compuesto, dando incluso mejores prestaciones que los materiales tradicionales. Son materiales inteligentes, entendiéndose por material inteligente, aquel material en el que dada una condición externa actúa sobre el material, este autónomamente emite una respuesta, como por ejemplo sucede en los sensores piezoeléctricos [22]. Sin embargo, también se consideran materiales inteligentes a aquellos materiales a los cuales se le pueden adecuar sensores para identificar daños en su estructura, esta tecnología es especialmente usada en aeronaves, con el fin de determinar el daño producido por fatiga [23]. Otra de las ventajas que presenta los materiales compuestos es su alta rigidez, permitiendo así mayores cargas mecánicas en el límite elástico de los materiales, previniendo así su deformación por sobrecargas y haciendo más grande el esfuerzo último de los materiales, además, comparado con los materiales convencionales, los materiales compuestos tienen igual rigidez que los aceros, pero teniendo una densidad cinco veces menor [20, 24]. Por otra parte la relación entre esfuerzo y densidad es mucho más alta en los materiales compuestos en comparación con los materiales convencionales, debido a esta razón y otras ventajas que presentan este tipo de materiales, su participación en el campo de la aeronáutica y el automovilismo es mayor, ya que los materiales compuestos pueden tener esfuerzos específicos del orden de 3 a 5 veces más que los materiales convencionales, tal como se puede apreciar en la figura 1 [25].

La resistencia a la fatiga es un factor clave que diferencia a los aceros y aleaciones de aluminio en comparación con los materiales compuestos, dado que, los aceros y aleaciones de aluminio, exhiben efectos considerables de fatiga cuando estos materiales se encuentran aproximadamente por encima de un 50% de su esfuerzo estático, mientras que algunos materiales compuestos, pueden llegar a exhibir un adecuado comportamiento y resistencia a la fatiga hasta en un 90% de su resistencia estática [20]. Además de esto,

para ciclos de vida infinitos se puede observar en la figura 2, que el compuesto de fibra de carbono tiene una amplitud de esfuerzo por fatiga (1500 MPa) aproximadamente seis veces mayor al esfuerzo que tiene por ejemplo el acero (250 MPa) [26].



Figura 1. Esfuerzo específico de fractura para diferentes materiales [25]

Representando esto una gran ventaja en el diseño de muchos componentes en las aeronaves, ya que muchas piezas están sometidas a cargas cíclicas, debido a que, con una mayor resistencia a la fatiga, se reduce el tamaño de los componentes y por ende el peso de estos, siendo esto un factor clave en la industria aeronáutica [27].



Figura 2. Curvas de vida de esfuerzos por fatiga para diferentes materiales [26]

La corrosión, es un gran problema en los materiales que están expuestos a condiciones ambientales severas, ya que la degradación del material afecta directamente a las propiedades y resistencia de los mismos, la corrosión se presenta en los materiales a través de un proceso de oxidación y reducción, debido al gradiente de concentración existente en el material y en el ambiente, dando así lugar a una reacción electroquímica, donde se pierden electrones del material, dando lugar a un deterioro en la capa superficial del mismo. Típicamente para reducir este efecto, se recurre a aleaciones o revestimiento que reducen notablemente la oxidación de los materiales. Sin embargo, esto puede llegar a ser costoso y reducir otras propiedades de los materiales, mientras que los materiales compuestos pueden llegar a tener una más alta resistencia a la corrosión. En [28] se pudo observar que agregando CrN hubo una notable mejoría en la resistencia a la corrosión acuosa y a los iones de Cl.

La dilatación térmica suele ser un problema muy común en los metales, ya que el coeficiente de expansión térmica es bastante alto, en comparación con otro tipo de materiales, lo que obliga a hacer diseños con mayores tolerancias, para soportar las diferentes condiciones de operación de los materiales, sin que esta dilatación implique algún tipo de daño en otros componentes. Mientras que, con una adecuada selección de materiales, los compuestos pueden incluso a llegar a tener coeficientes de expansión térmica cercanos a cero, lo que se traduce, en mayor flexibilidad a la hora de diseñar diversas piezas. Investigadores de Japón utilizaron nanotubos de carbón para controlar el coeficiente de expansión térmica de materiales compuestos, basándose en datos experimentales de coeficientes de expansión térmica y módulo de Young, teniendo buenos resultados, que aumentan las posibilidades de obtener mejores materiales con coeficientes de expansión térmicas cercanas a cero [29].

Además de tener mejores propiedades mecánicas que los materiales convencionales, los materiales compuestos ofrecen la ventaja de producir piezas de geometría compuesta, posibilitando así las condiciones de diseño. Además, la variabilidad que se tiene en su producción hace que este tipo de materiales sean altamente competitivos en costo de producción con los materiales convencionales, dado que, la presión y temperatura de fabricación de los materiales compuestos, suele ser mucho más baja que el acero o el aluminio [20].

2.1.1.1 Compuestos de matriz metálica (CMM)

Estos tipo de materiales se puede definir como materiales, con una base de metal, típicamente esta base proviene de materiales tales como el aluminio, el titanio y magnesio, esta base es comúnmente conocida como matriz, cuyas funcionalidades se han explicado en el apartado anterior, esta se identifica por ser la fase continua del material, esta matriz puede tener un bajo contenido de aleación, que a su vez, pueden ser reforzados con fibras continuas o discontinuas, whiskers o partículas, de otros materiales, los reforzamientos son la fase discontinua del material [1, 30]. Los compuestos de matriz metálica tienen particularmente interés en la industria aeronáutica y automotriz, dada sus altas propiedades de rigidez, módulo específico, resistencia y baja densidad en comparación con los materiales convencionales. Sin embargo, existe otra clase de materiales de matriz metálica, diseñados específicamente para aplicaciones de alta resistencia al desgaste y corte, los materiales que se distinguen en esta clasificación son el cobalto, el hierro y el níquel [1].

2.1.1.2 Compuestos de matriz cerámica (CMC)

Los compuestos de matriz cerámica, al igual que cualquier otro material compuesto, se distingue por tener dos fases claramente definidas, la fase continua, que en este caso es un material cerámico y la fase discontinua que es el reforzamiento, que ya se han mencionado anteriormente. Los materiales cerámicos convencionales son hechos a partir de su forma monolítica, tales como los ladrillos y la cerámica. Sin embargo, existe una nueva línea de materiales cerámicos de alto rendimiento, la obtención de estos nuevos materiales, implican necesariamente, procesos de manufactura más avanzados, donde el resultado del material obtenido no solo va a depender de la pureza del material base, sino también del proceso. Los materiales compuestos de matriz cerámica pueden ser fabricados a partir de una amplia variedad de otros materiales, no obstante, materiales comunes de matriz cerámica, llamados también de alto rendimiento, son el silicio (carburos, nitruros y óxidos), entre otros[31].

Las propiedades que marcan una gran diferencia de los materiales de matriz cerámica en comparación con otro tipo de materiales, es su altísima resistencia al calor, a los ataques químicos, su dureza y su resistencia a la abrasión y al desgaste. Si bien, típicamente los materiales cerámicos, poseen algunas características de sus homólogos los compuestos cerámicos, estos tienen la desventaja de ser materiales frágiles, lo que implica que, al sobrepasar su límite elástico, se fracturarán rápidamente [27, 31]. Por tanto, es necesario solventar esta desventaja, para ello, se recurre al desarrollo de materiales compuestos de matriz cerámica de alto rendimiento.

2.1.1.3 Compuestos de matriz polimérica (CMP)

Los materiales compuestos de matriz polimérica representan una amplia variedad de materiales compuestos, esto debido principalmente a la facilidad de obtener estos materiales a partir de diversas fuentes de materiales, además la producción de este tipo de materiales suele ser menos compleja, en comparación con los CMM y los CMC. Estos materiales se obtienen a partir de una resina, la cual es reforzada típicamente con fibras, estas suelen ser de carbono, vidrio, aramida, boro entre otras. Las resinas se clasifican en resinas termoestables y termoplásticas [32]. Los reforzamientos que típicamente son fibras para los compuestos de matriz polimérica varían en su tamaño de acuerdo al tipo de fibra y el compuesto a producir, el diámetro comúnmente usado en la fibra de vidrio varía en el rango de 5 µm hasta 25 µm, para la fibra de carbono se encuentra en el rango de las 5 µm hasta los 8 µm, el diámetro de la fibra de aramida es alrededor de 12.5 µm y para el boro el diámetro se encuentra sobre los 100 µm. Las fibras tienen típicamente este tamaño debido a que, son más flexibles y se pueden conformar piezas más complejas [20].

Las propiedades de la fibra de vidrio dependen principalmente de las materias primas con que se fabrique, sin embargo, una de las principales materias primas es la sílice, este puede llegar a representar más del 50% del total del material. La fibra de vidrio típicamente se produce a más de 1300 °C, a esta temperatura el vidrio fundido pasa por cientos de agujeros pequeños, generando filamentos de vidrio que posteriormente son enfriados por debajo de la temperatura de transición vítrea [33].

La fibra de carbono se manufactura a partir de poliacrilonitrilo, también conocido como PAN, para obtener esta fibra, el PAN pasa a través de altas temperaturas, luego pasan por un proceso de carbonización, en el cual el PAN, cambia químicamente, mejorando así sus propiedades de rigidez y resistencia, posteriormente los tratamientos superficiales mejoran la manejabilidad y la compatibilidad con la resina, esto es fundamental para poder obtener materiales compuestos de mejores propiedades [34].

La fibra de aramida tiene una alta resistencia comparado con su peso, incluso llega a tener la mayor relación comparado con otras fibras, además posee un coeficiente de expansión térmico negativo, esto quiere decir, que a medida que va en aumento su temperatura, su volumen va decreciendo, sin embargo, tiene la desventaja de ser difícil de cortar y mecanizar, lo que reduce su competitividad. Esta fibra se obtiene extruyendo cloruro de tereftalato y p-fenilendiamina. La extracción se hace a través de un hilador, que permite que la fibra pase a través de diferentes orificios, durante este proceso las moléculas de fibra de aramida se orientan longitudinalmente [20].

2.1.2 Clasificación de los materiales compuestos

Dada la gran cantidad de materiales compuestos existentes tanto en el mercado como en el área de investigación se hace importante hacer clasificaciones. Una forma común de clasificar los materiales es de acuerdo con sus reforzamientos, debido a que, el tipo de reforzamiento influye fuertemente en las propiedades de todo el material.

2.1.2.1 Reforzado con partículas

Los materiales reforzados con partículas se distinguen porque este reforzamiento no es continuo a través de toda la matriz, se encuentra discretizado. A su vez, el reforzamiento con partículas se subdivide en partículas grandes y consolidadas por dispersión. Las partículas grandes se caracterizan porque su modelamiento y comprensión de la interacción matriz-reforzamiento no puede hacerse a través de mecánica molecular u atómica, sino de la mecánica continua. Un ejemplo de material compuesto reforzado con partículas grandes es el concreto, donde su matriz está hecha con cemento y su reforzamiento es la arena; el material mejorará sus propiedades en la medida que la distribución del reforzamiento sea más uniforme y más pequeñas sean sus partículas [35]. Los materiales obtenidos a través de consolidación dispersión, tienen la característica de que los reforzamientos son mucho más pequeños en comparación a los reforzamientos de partículas grandes; estos típicamente tienen un diámetro que varía en el rango de 10 a 100 nanómetros. La matriz, que representa la fase continua del material es la encargada de soportar la carga, mientras que las partículas dispersas impiden las dislocaciones, aumentando así el límite elástico del material. El reforzamiento con partículas tiene una ventaja con respecto al reforzamiento con fibras, debido a que este tiene una mayor relación costo eficacia, tiene propiedades isotrópicas y además puede ser procesado a través de técnicas utilizadas para producir materiales monolíticos [36].

2.1.2.2 Reforzado con fibras

Los materiales compuestos, tienen gran relevancia en la producción de materiales de elevada resistencia y rigidez a baja densidad. Estos materiales presentan fases dispersas y sus propiedades varían de acuerdo con la longitud de la fibra utilizada. En el extremo de la fibra, no existe una transferencia de carga entre la matriz y el reforzamiento, por eso, es indispensable establecer una longitud crítica, de tal manera que la carga pueda ser absorbida por la matriz y transferida a la fibra, sin que el compuesto sufra alguna deformación. La longitud crítica depende del diámetro de la fibra, de su resistencia a la tracción y la resistencia de la unión matriz reforzamiento [35]. Otro parámetro fundamental, es la orientación de las fibras, ya que del tipo de esfuerzo aplicado y la orientación de la fibra se determina la efectividad de esta. Como se ve en la tabla 1 si las fibras son orientadas paralelamente a la dirección del esfuerzo, van a tener la mayor efectividad, que en cualquier otra dirección. Sin embargo, para aplicaciones donde los esfuerzos son multidireccionales, lo más eficiente es distribuir en el espacio las fibras, pese a que la eficiencia se reduzca a la quinta parte.

		EFICIENCIA DEL	
ORIENTACIÓN DE LA FIBRA	DIRECCIÓN DEL ESPOERZO	REFORZAMIENTO	
Todas las fibras paralelas	Paralela a las fibras	1	
	Perpendicular a las fibras	0	
Fibras orientadas al azar y	Cualquier dirección en el	3/8	
uniformemente	plano de las fibras	570	
Distribuidas en el espacio	Cualquier dirección	1/5	

Tabla 1. Eficiencia del reforzamiento con fibras orientadas en varias direcciones [35]

2.1.2.3 Estructural

Los materiales compuestos estructurales son una combinación de materiales compuestos y materiales homogéneos, diseñados específicamente para soportar cargas estáticas. La resistencia de estos materiales no solo depende de la resistencia de cada uno de sus constituyentes, sino también de la disposición geométrica de estos. Dentro de los materiales compuestos estructurales se destacan los compuestos laminares y los paneles sándwich. Los compuestos laminares constan de paneles unidos entre sí, dispuestos de tal forma que tienen una dirección preferente de alta resistencia. Los paneles de sándwich están formados por dos laminas separadas entre sí por un material menos denso y resistente, las láminas son las encargadas de soportar la mayor carga, mientras que el núcleo tiene la función de soportar las cargas perpendiculares a las caras de las láminas [37].



Figura 3. Material compuesto estructural tipo panel sándwich

2.2 MÉTODOS DE PROCESAMIENTO DE LOS MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ METÁLICA

Existen diferentes tipos de producción de materiales compuestos de matriz metálica, sin embargo, los métodos más comunes son el procesamiento en dos fases, el procesamiento en fase líquida y el procesamiento en fase sólida. Esta forma de clasificación resulta práctica, ya que permite al lector hacerse una idea de la energía requerida para la producción de los CMM. Además de la energía requerida, también es importante notar que dependiendo de la técnica de procesamiento a usar pueden incrementarse o reducirse efectos indeseables en la producción de materiales compuestos, tales como la porosidad, la mojabilidad, reacciones interfaciales entre el reforzamiento y la matriz metálica, entre otros. Por tanto, es importante que el lector conozca los diferentes métodos de procesamiento para que se haga una idea general de las complejidades y beneficios que implica usar cada una de ellas.

2.2.1 Procesamiento en dos fases

El método de procesamiento en dos fases recibe su nombre dado que, para poder producir el material compuesto, es necesario que la matriz se encuentre tanto en estado líquido como en estado sólido. Lo que implica que en este método de producción es importante superar ligeramente la temperatura de fusión del material, lo que genera un aumento de costos de producción en lo referente a la energía consumida para la producción del material, en comparación a otras técnicas como la metalurgia de polvos.

En el procesamiento en dos fases, destaca principalmente el método de reofusión o reocolada, donde el material se encuentra en estado líquido y sólido al mismo tiempo. El otro método de procesamiento es la dispersión por atomización, en el cual un material que está en estado líquido es atomizado para formar gotas que se pueden encontrar en estado sólido o estado líquido.

2.2.1.1 Reofusión

La reofusión es una técnica de procesamiento donde se puede distinguir la fase líquida y la fase sólida del material. Estas fases están delimitadas en los diagramas de fase como líneas de líquidus y sólidus. Para lograr esta técnica, es necesario fundir la aleación por encima del punto de fusión, posteriormente la aleación se enfriará hasta llegar al punto semisólido, una vez en este punto se le adicionan los reforzamientos. Dado la alta viscosidad de la matriz metálica, los reforzamientos no pueden separarse, por lo que la dispersión de estos se hace a través de agitación mecánica, seguido de agitación gravitatoria [38]. Debido al enfriamiento del metal fundido puede presentarse una estructura dendrítica dificultando el vertimiento de la aleación en un molde, figura 4, cuando la fracción solidificada se encuentre entre un 20 - 30 %. En estas condiciones el metal al llenar el molde presenta grietas. La agitación mecánica provoca esfuerzos de cizalladura, buscando impedir la formación de la estructura dendrítica y promoviendo una estructura esferoidal [39].



Figura 4. Fabricación de materiales compuestos por reofusión [39]

2.2.1.2 Deposición por atomización

La deposición por atomización posee dos grandes enfoques, la formación por atomización y la formación por atomización inerte. El primer método consiste en la inyección de partículas por medio de un gas inerte en la pulverización de metal. El segundo de estos métodos consiste en la reacción química de gas-líquido, líquido-líquido y líquido-sólido.

La inyección de partículas con gas inerte puede hacerse a partir de dos configuraciones principales. Una posibilidad consiste en la atomización de las partículas de reforzamiento inyectando directamente en el gas, la otra posibilidad, puede ser la inyección de partículas, debajo de la atomización del metal líquido. Una técnica ampliamente utilizada, para la producción de CMM con matriz de aluminio y reforzamiento SiC, es utilizar dos inyectores de gas debajo de la atomización, los inyectores se deben encontrar a 180° de diferencia uno del otro. Dado que el proceso de enfriamiento se lleva a cabo de forma muy rápida, cuando los reforzamientos son inyectados en la atomización, el metal que antes estaba fundido se encuentra ahora en estado sólido, líquido y con gotas sólidas. Posteriormente es necesario hacer un segundo proceso que puede ser extrusión, laminado o forja. Este proceso se representa esquemáticamente en la figura 5 [39, 40].



Figura 5. Proceso de manufactura de un MMC a través de deposición por atomización [39]

La deposición por atomización que involucra las reacciones químicas se puede lograr gracias al radio de la superficie de las gotas con respecto a su volumen y su alta temperatura. Estas condiciones favorecen la formación de reforzamiento por reacciones químicas. En [40] están descritas las diferentes reacciones que se pueden presentar, además se muestra los resultados del experimento de la producción de un material compuesto, con metal fundido Fe-2Al reaccionando con una mezcla de gas N₂-5O₂, demostrando la factibilidad de este método de procesamiento.

2.2.2 Estado sólido

La producción de materiales compuestos en estado sólido consiste en la mezcla de polvos metálicos y reforzamientos, para posteriormente realizar una compactación y una consolidación; tiene la ventaja de que, al hacerse a temperaturas menores al punto de fusión, requiere menos energía en comparación con los compuestos obtenidos en estado líquido. La técnica utilizada en esta clasificación es la metalurgia de polvos [39].

2.2.2.1 Metalurgia de polvos

En esta técnica de producción, el material que será la matriz debe estar en forma de polvo al igual que el reforzamiento y, siendo la matriz una aleación generalmente, esto con el fin de permitir una mezcla homogénea para mejorar las propiedades del material. Para obtener un buen material compuesto, la selección del tamaño de partícula del polvo tanto de la matriz como del reforzamiento es crítico, dado que el aglomerante no debe quedar en la mezcla. El proceso consiste en lograr una pre-aleación entre la matriz el reforzamiento, esto se conoce como polvo atomizado pre-aleado, esta pre-aleación debe estar en un rango de 20-40 µm. Para poder homogenizar el material, es sustancial hacer una compactación en frío, además esto permite consolidar el material y hacer una aproximación a las dimensiones deseadas. Debido a que los polvos metalúrgicos tienen una película de hidrato de óxido, es necesario remover todas las moléculas de agua antes de la consolidación, debido a que de no ser así quedarán porosidades en el material. Una vez desgasificado el material se procede a realizar un sinterizado que es una compresión en caliente, generalmente por debajo del punto de fusión del material. Una de las complicaciones del sinterizado, es que puede haber una fase líquida, ésta puede degradar
la microestructura del material. Por el contrario, si se logra obtener una consolidación completamente en estado sólido, se obtiene un material metaestable y sobresaturado. Para extraer el material se hace a través de un proceso de extrusión, la relación de extrusión puede ser de 20:1 o superior, debido a que es necesario romper la película de óxido y las partículas de polvo metalúrgico [41].



Figura 6. Procesamiento de un compuesto a través de metalurgia de polvos [41]

2.2.3 Fase líquida

El procesamiento a través de la fase líquida implica que tanto el material que compone la matriz como el reforzamiento, deben estar en fase líquida. De este tipo de procesamiento destacan tres técnicas. Mezclado o también conocido como mezcla directa, la infiltración asistida, ya sea por presión mecánica o por presión de gas y la infiltración no asistida, también conocida como infiltración sin presión [42].

2.2.3.1 Mezclado

La mezcla directa implica el contacto directo del material matriz y el material que servirá como reforzamiento, esto se logra a través de agitación mecánica en vacío (10-40 mbar). Este método tiene varias limitantes, entre ellas se encuentra que la fracción de volumen del reforzamiento no puede ser mayor al 20%, la distribución del reforzamiento, es decir, de la fase dispersa a través de toda la matriz no es perfectamente homogénea lo que implica que las propiedades del material son heterogéneas al interior de este, no existe una buena mojabilidad entre la matriz y el reforzamiento y pueden existir reacciones químicas entre la matriz aleada y el reforzamiento. Pese a estas desventajas, es un método de producción más económico en comparación con los otros métodos. Un óptimo diseño del material busca minimizar al máximo la aparición de estos fenómenos. El método del vórtice es uno de los mejores métodos para mejorar la distribución del material de reforzamiento en la matriz. En este método, la masa de la matriz fundida se agita fuertemente con el objeto de generar un vórtice y el material de reforzamiento se introduce en uno de los lados del vórtice. Este método puede ser simulado computacionalmente con el fin de ser optimizado como se hizo en el trabajo realizado por Zohdi [43]. Para mejorar la mojabilidad del material, es necesario adicionar una cantidad limitada de elementos aleados con el fin de crear una capa transitoria para reducir la tensión superficial del líquido, esto permite que el ángulo de mojabilidad se disminuya y por tanto se genera una estructura similar entre las partículas y la matriz. La porosidad se forma debido a los contenidos de hidrógeno y oxígeno que hay en el material fundido, existen varias formas de disminuir la porosidad, siendo la desgasificación una técnica usual para la consecución de este objetivo [44].

2.2.3.1 Infiltración asistida

La infiltración es el proceso que se da por el desplazamiento de un líquido en un medio poroso conocido como preforma. Este proceso se puede generar a través de presión mecánica o presión por gas, teniendo la ventaja de tener un corto tiempo de producción, lo que favorece en aplicaciones de grandes volúmenes de fabricación. Al principio de la infiltración se debe hacer a una presión baja, esto con el objetivo de evitar una malformación en el material, luego la presión se aumenta paulatinamente hasta alcanzar la infiltración completa. Dada la rapidez de la producción del material, se reduce la aparición de reacciones entre la matriz y el reforzamiento [45]. Esta técnica permite obtener materiales compuestos con un alto porcentaje de reforzamiento, pudiendo llegar hasta el 50% del volumen. En el trabajo realizado por Xiu en el 2012 [46] se obtuvo un compuesto de Si₃N₄p/2024Al con un 45% de volumen de partículas de Si₃N₄p obteniendo buenas propiedades. La otra técnica de infiltración asistida consiste en hacer presión a través de un gas inerte con respecto a la matriz. Al igual que el otro tipo de infiltración se requiere de una preforma y metal fundido. El sistema se debe calentar hasta el punto de fusión del material, luego la cámara se presuriza con un gas inerte con una presión tal que pueda sobrepasar los efectos de capilaridad del metal fundido y lograr así la infiltración, además la presión de infiltración debe estar en concordancia con los parámetros de mojabilidad del material que dependen en gran medida de la fracción de volumen del material de refuerzo [47].



Figura 7. Esquema del proceso de infiltración asistida [45]

2.2.3.2 Infiltración no asistida

Al igual que el método de infiltración asistida, esta técnica consiste en infiltración de un metal líquido en una preforma, sin embargo, se diferencia en que la infiltración no asistida no requiere presión ni mecánica, ni la de un gas [48]. En este método la preforma es hecha del material que va a hacer las veces de reforzamiento, el material matriz

descansa en estado líquido sobre la preforma en un ambiente de un gas inerte para reducir la posibilidad de la aparición de cualquier reacción química [49]. La infiltración no asistida depende de varios parámetros, entre ellos la presión del capilar, el diámetro promedio de las partículas, la fracción de poros en la preforma, tensión superficial, el ángulo de contacto y parámetros geométricos [50]. Uno de los parámetros que más afecta la porosidad en este tipo de materiales es la condición superficial del reforzamiento, además los parámetros que más afectan el módulo de elasticidad del material es el tiempo de infiltración y la porosidad del preformado [51].



Figura 8. Representación esquemática de la infiltración de un líquido en un medio poroso [51]

2.3 TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN

Las técnicas de caracterización son de vital importancia en el estudio de los materiales, ya que estos permiten cuantificar las principales propiedades de los materiales. Hay una gran variedad de propiedades de los materiales que son de gran interés para la ciencia y la ingeniería tales como la resistencia, la dureza, estructura atómica, difracción, dilatación térmica, entre muchas otras propiedades. Sin embargo, para efectos de este estudio solo han de interesar la caracterización microestructural y mecánica. De estas dos caracterizaciones se derivan también una amplia variedad, sin embargo, solo es de interés en este proyecto por la parte microestructural la caracterización por SEM y DRX, y, por la parte de la caracterización mecánica, la caracterización tribológica y de microdureza.

2.3.1 Microestructural

Las características microestructurales de los materiales son los encargados de dar origen a las propiedades macroscópicas de los mismos. Por tanto, es importante determinar cuál es la organización cristalina que poseen cada uno de los materiales de interés, además de conocer cuáles son las principales técnicas para su caracterización microscópica. En este estudio se utilizarán las técnicas SEM y DRX para la caracterización microscópica del material y cuyos fundamentos se discuten a continuación.

2.3.1.1 Microscopia electrónica de barrido (MEB)

La microscopía electrónica de barrido o SEM, por sus siglas en inglés, es un método de caracterización donde su principal objetivo es describir la superficie de un material, basándose en la observación de este.

Esta técnica funciona haciendo incidir en una superficie un haz de electrones de alta energía que, al impactar contra la superficie del material, este emite una respuesta que es detectada por el equipo, generando una imagen a partir de los datos obtenidos. Al chocar este haz de luz contra la superficie son emitidos rayos x, fotones y electrones retro dispersados. El haz de electrones puede ubicarse estáticamente o puede tener desplazamiento para abarcar una mayor área de interés. Esta técnica presenta una gran resolución para medir dos puntos continuos, esta resolución puede ser de hasta 2 nm, además de tener una buena resolución, el SEM también tiene una amplia profundidad, lo que permite obtener más información del material a analizar. Los resultados obtenidos a través de SEM como se mencionó anteriormente están relacionados con la superficie del material, por tanto, se puede obtener información cristalográfica, topográfica, composición química, entre otros [52, 53].

Para lograr su objetivo, el microanalizador debe conocer las características del haz incidente en la superficie, ya que la primera señal de interés para el microanalizador es la variación de los electrones secundarios debido a las diferencias en la superficie topográfica del material. Una vez conocida esta variación el microanalizador interpreta la señal y emite una fotografía de la superficie del material [53].

2.3.1.2 Difracción de rayos x (DRX)

La técnica experimental de difracción de rayos X, es utilizada en la caracterización microestructural para determinar la estructura cristalina de un material. Esta técnica se basa en el principio del fenómeno de difracción. La difracción es el cambio de dirección que sufre una onda al cambiar de medio o encontrarse con un obstáculo, para que suceda la difracción, además se requiere que la longitud de onda del emisor sea del mismo orden de magnitud que la distancia de repetición del objeto que causa la dispersión de la onda [54]. En la difracción de rayos x se hace uso de este fenómeno para determinar la estructura cristalina del material a través de la ley de Bragg. Los rayos X se refieren a aquellas ondas electromagnéticas que tienen una longitud de onda entre $1x10^{-3}$ nm y 10 nm. Los rayos x tienen la ventaja de que logran una gran penetración en la materia, sin embargo, esta penetración varía en función de la sustancia, por lo que los rayos x pueden ser difractados por átomos que se encuentran organizados de forma periódica. Los materiales pueden ser cristalinos o amorfos, los materiales cristalinos son aquellos que tienen un arreglo atómico periódico en las tres direcciones del espacio, mientras que los amorfos no poseen esta periodicidad. El arreglo atómico de un material cristalino puede darse de muchas maneras, por eso es necesario establecer planos y direcciones para identificar claramente el tipo de estructura que se puede presentar. En la figura 9 se pueden ver varios tipos de arreglos cristalinos [55].



Figura 9. Diferentes arreglos cristalinos de los materiales [55]

La ley de Bragg, ecuación 1 [55], permite relacionar el ángulo de dispersión del haz de luz, con su longitud y la distancia entre planos de la red cristalina.

$$n\lambda = 2d * \sin \theta$$
 Ecu. 1

Donde λ es la longitud de onda del haz incidente, *n* indica que la ley sirve para cualquier múltiplo de la longitud de onda, θ es el ángulo de dispersión de la onda y *d* es la distancia entre planos de la red cristalina.



Figura 10. Dispersión de 2 rayos en fase, cuando el ángulo de incidencia y dispersión son iguales [55]

2.3.2 Mecánica

Las propiedades mecánicas de los materiales están relacionado directamente a la respuesta macroscópica que tiene el material ante la incidencia de factores externos. Para efectos de este estudio se considerará la caracterización tribológica y de microdureza del material.

Esta caracterización es de sumo interés debido a que están relacionadas directamente con el desgaste y la eficiencia energética de los componentes, dos tópicos que han cobrado mucha relevancia en la industria aeronáutica porque gran parte de la confiabilidad y la reducción del consumo de energía está ligada con la tribología y dureza de los materiales.

2.3.2.1 Tribología

La tribología es la parte de la física encargada del estudio del rozamiento entre superficies. Como bien se sabe, el rozamiento es uno de los efectos más indeseados en muchas aplicaciones industriales, dado que el rozamiento entre superficies se transforma en calor, desperdiciando parte de la energía recibida para generar el movimiento y reduciendo así la eficiencia de los procesos. La tribología se divide en tres grandes áreas, la fricción, el desgaste y la lubricación entre superficies con movimiento relativo entre ellas [56]. La fricción se define como una fuerza de oposición al movimiento, es la principal causa de desgaste en los equipos de ingeniería y matemáticamente se define como el producto del coeficiente de fricción por la normal del cuerpo. El coeficiente de fricción estática más grande que el coeficiente de fricción dinámico, ya que para generar el movimiento de un cuerpo que se encuentra en reposo es necesario vencer las fuerzas inercia de este. Este es uno de los motivos por los cuales las máquinas consumen mayor energía en el arranque [57].

El desgaste es el principal responsable de pérdida de material de las piezas y equipos, a su vez, también es el mayor responsable de la pérdida de rendimiento de estos. La lubricación es el factor atenuante de estos efectos, buscando reducir en lo máximo posible el factor de fricción, para que, a su vez, la disipación de energía y el desgaste en los equipos se reduzca notablemente; lo que se traduce en ahorros económicos por generación de energía y por reemplazo de componentes mecánicos. La tribología se ha convertido en un área de especial interés en las industrias que tienen altos consumos energéticos y una gran cantidad de equipos rotativos, como lo es la industria aeronáutica. Como se ha dicho anteriormente un factor clave en dicha industria, es la confiabilidad de las aeronaves, donde sus componentes rotativos se ven sometidos a grandes cargas dinámicas, lo que amplifica el efecto del desgaste de sus componentes, por tanto, es imprescindible que todos los materiales utilizados en esta industria, destinado a ser utilizados en aplicaciones rotativos, tengan las mejores propiedades tribológicas posibles.

La caracterización tribológica de los materiales se basa principalmente en ejercer una fuerza normal en una superficie con un dispositivo normalizado, con el objetivo de medir la fuerza tangencial resultante. Esto se puede realizar a través de tres métodos diferentes, pasador en disco, bola en anillo y cilindro en disco, en estos tres métodos el pin, la bola y el cilindro permanecen estáticos, mientras que el disco y el aro giran para realizar una marca sobre el material [58, 59].

2.3.2.2 Microdureza

La dureza se define como la resistencia que un material presenta en su capa superficial a la deformación plástica, elástica y a su destrucción al esfuerzo de contacto ejercido por otro cuerpo. No existe una escala absoluta en la cual se pueda comparar la dureza de los diferentes materiales, debido a que estos se caracterizan con diferentes métodos de ensayos, entre los que más se destacan se encuentran la dureza Brinell, Rockwell, Vickers, Knoop, entre otras. Cada uno de estos ensayos se hace a unas condiciones establecidas [60, 61].

La dureza se puede medir de forma macroscópica o de forma microscópica, por ejemplo, la macrodureza Vickers debe hacerse con una fuerza de identación mayor a 30 N, mientras que la microdureza Vickers debe hacerse con una identación menos a 1 N [62].

En el trabajo realizado por Li y E. Chin en el 2004 [63] se hizo una comparación de la microdureza entre un material con y sin reforzamiento, encontrando que la microdureza Vickers aumenta levemente con el reforzamiento de SiCp. Mostrando que la dureza en este material se ve influenciada principalmente por la matriz metálica y que el reforzamiento no aumenta ni disminuye significativamente esta propiedad.

CAPITULO 3: PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

3.1 MATERIALES

Los materiales empleados fueron la aleación de aluminio AlSi₁₀Mg y nano partículas de titanio (NPTsTi), los cuales se obtuvieron por parte de la Universidad Autónoma de Nuevo León y la Universidad Autónoma de Coahuila. En total se hicieron 8 tipos de mezclas, las cuales fueron: 0% NPTsTi, 5% NPTsTi, 7.5% NPTsTi, 10% NPTsTi, tanto a 5 y 10 horas cada una. La figura 11 muestra el molino mezclador MM 400 marca Retsch, en el cual se realizó la mezcla de los polvos del aluminio AlSi₁₀Mg y de las nanopartículas de titanio a 30 Hz (1800 rpm), con una relación de bolas-polvo de 3-1. En el proceso de molienda, para cada una de ellas, se utilizó alcohol etílico como agente de control de proceso. La cantidad de cada mezcla de polvo que se molió en los viales de acero inoxidable fue de 5 g en total y el tamaño de las bolas de acero inoxidable que se encuentran en el interior del vial era de 10 mm de diámetro.



Figura 11. Molino mezcladora MM 400 marca Retsch

En la figura 12 se puede observar la prensa uniaxial donde se procedió a prensar en frío un gramo de cada polvo obtenido de la molienda a una presión de 4 toneladas durante 5 minutos, obteniendo así una pastilla del material compuesto AlSi₁₀Mg/NPsTi. De cada mezcla de polvo que se consiguió, se hicieron 4 pastillas con un diámetro de 1,2 cm y con 0.3 cm de espesor, por lo cual, al final se hicieron 32 pastillas y, a tres grupos de pastillas (24), se les hizo un tratamiento térmico, a 8 de ellas con el 60% de la temperatura de fusión del aluminio, al otro grupo con el 70% del punto de fusión del aluminio y al tercer grupo al 80% de esta temperatura como se puede ver en la tabla 2; en la figura 13 se puede observar el horno donde se llevó a cabo los tratamientos térmicos.

Mezclas de polvos	No. de	Sin	Sinterizadas	Sinterizadas	Sinterizadas
	muestras	sinterizar	al 60%	al 70%	al 80%
100% AlSi10Mg - 0%	4	1	1	1	1
NPTsTi - 5h de					
molienda					
95% AlSi10Mg - 5%	4	1	1	1	1
NPTsTi - 5h de					
molienda					
92.5% AlSi10Mg -	4	1	1	1	1
7.5% NPTsTi - 5h de					
molienda					
90% AlSi10Mg - 10%	4	1	1	1	1
NPTsTi - 5h de					
molienda					
100% AlSi10Mg - 0%	4	1	1	1	1
NPTsTi - 10h de					
molienda					
95% AlSi10Mg - 5%	4	1	1	1	1
NPTsTi - 10h de					
molienda					
92.5% AlSi10Mg -	4	1	1	1	1
7.5% NPTsTi - 10h de					
molienda					
90% AlSi10Mg - 10%	4	1	1	1	1
NPTsTi - 10h de					
molienda					

Tabla 2. Información de muestras





Figura 12. Prensa uniaxial marca TRUPER

Figura 13. Horno Nabertherm

3.2 TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN

3.2.1 Tribología

La figura 14 muestra el equipo utilizado para la prueba de desgaste por desplazamiento en seco en donde se usó un equipo de pin-on-disc, con la norma ASTM G-99 [64]. En la tabla 2 se muestran los parámetros usados para las mediciones del desgaste en las pastillas.



Figura 14. Equipo pin-on-disc usado para tribología

Parámetros de prueba	Valores seleccionados		
Carga aplicada (N)	1, 3 y 5		
Velocidad (m/s)	0.05		
Tasa de adquisición de datos (Hz)	2.0		
Distancia (m)	370		
Medio ambiente	Aire		
Temperatura (°C)	26 +/- 2		
Humedad (%)	35 +/-5		
Duración (min)	2 h		
Diámetro de bola (mm)	6		

Tabla 3. Parámetros de pruebas para tribología

Para la realización de esta prueba se pulieron las muestras según la norma ASTM E3-11, Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens [65], el material de la bola usada fue un acero inoxidable 440°C y el programa usado para hacer la prueba fue el tribometer 6.2.9.

Para cada combinación de muestras se hicieron 4 pastillas, en una pastilla se le aplicó una carga de 1N, en otra una carga de 3N y en otra de las pastillas 5N, así para cada combinación (0%, 5%, 7.5%, 10% NPsTi tanto en la molienda de 5 y de 10 horas).

La ecuación usada para obtener el volumen perdido debido a la fricción es la sugerida según la norma ASTM G99 [64], la cual es:

Pérdida de volumen del disco =
$$2\pi R [r^2 \sin -1\left(\frac{d}{2r}\right) - \left(\frac{d}{4}\right) (4r^2 - d^2)^{\frac{1}{2}}$$
 Ecu. 2

Donde R es el radio de la huella de desgaste, r es el radio de la bola usada para la prueba y d es el ancho de la huella de desgaste.

Igualmente se calculó el coeficiente de desgaste o de Archar [K] mediante la siguiente ecuación [66]:

$$K = \frac{V}{FL}$$
 Ecu. 3

Donde V es el volumen perdido, F la carga aplicada y L la distancia total recorrida.

3.2.2 Difracción de rayos X

En la figura 15 se observa el equipo PANalytical Empyrean en el cual se realizó el análisis de difracción de rayos X a las pastillas sin sinterizar, las sinterizadas al 60%, 70% y al 80% de la temperatura de fusión del aluminio, con las siguientes condiciones: ángulo de inicio 5°, ángulo final 120° y 20 segundos de paso, todo realizado a temperatura ambiente. Con esta caracterización se puede observar las fases cristalinas que se formaron en las diferentes muestras obtenidas del material compuesto.



Figura 15. Equipo PANalytical Empyrean

3.2.3 Microdureza

La técnica de caracterización de microdureza se hizo mediante el durómetro MATZUZAWA MMT-X7 (figura 16) con una carga de 100 gramos-fuerza (grf) con un indentador de diamante en forma piramidal. La prueba se efectuó según la norma ASTM E-384 [67]. Las muestras, tanto las sinterizadas como las que no tuvieron tratamiento térmico, fueron tratadas metalográficamente como lo indica la norma ASTM E3-11 [65].



Figura 16. Durómetro MATZUZAWA MMT-X7

3.2.4 Microscopia Electrónica de Barrido (MEB)

El microscopio electrónico de barrido fue usado con dos fines, el primero de ellos fue medir el tamaño de la huella dejada por la técnica de caracterización de tribología la cual se hizo en un microscopio óptico marca HITACHI, modelo SU8020 (figura 17) con un aumento de 35; a cada pastilla se le hizo 10 mediciones a lo largo de la huella para obtener una media del tamaño del ancho de la huella.



Figura 17. Microscopio electrónico de barrido usado para medir el tamaño de la huella de desgaste

El segundo uso fue para obtener la microestructura, la cual se hizo a una magnificación de 400 para las muestras sin tratamiento térmico como para las sinterizadas al 60%, 70% y 80% de la temperatura de fusión del aluminio y, también se usó para conseguir un análisis semicuantitativo de la composición química de cada combinación de pastillas anteriormente mencionadas; todo lo anterior se hizo en el microscopio marca JEOL modelo JSM-6510 LV (figura 18) con aumentos de 2000X. El último análisis se realizó mediante la técnica de energía dispersiva por espectroscopia de rayos X (EDS, Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy). Cada prueba fue a temperatura ambiente.



Figura 18. Microscopio electrónico de barrido JSM-6510LV

CAPITULO 4: RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos de las pruebas mecánicas y microestructurales realizadas al material compuesto procesado, así como el análisis de los mismos.

4.1 COMPORTAMIENTO MECÁNICO

4.1.1 Prueba de desgaste (tribología)

Las figuras 19 (a-f), muestran los resultados obtenidos en el tribómetro con los diferentes parámetros mostrados en la tabla 1. En estas gráficas se puede observar que la adición de las nano partículas de titanio, en diferentes porcentajes, no mejoran ni desmejora la resistencia al desgaste, ya que el coeficiente de fricción que se observa en la mayoría de las gráficas no aumenta, sino que permanece en el mismo rango en que se encuentra las muestras con 0% de las nano partículas de titanio y, se sabe que a mayor coeficiente de fricción menor es el desgaste en la superficie, esto, debido a que cuando hay mayor coeficiente de fricción hay menor velocidad relativa entre las superficies, mientras que cuando el coeficiente es bajo es cuando hay mayor velocidad entre ellos existiendo el mayor desgaste.





Figura 19 (a-f). Gráficas de coeficiente de fricción vs distancia recorrida de las muestras con los diferentes porcentajes de NPTs de Ti a diferentes cargas y tiempos de molienda. (a) 1N-5h, (b) 3N-5h, (c) 5N-5h, (d) 1N-10h, (e) 3N-10h, (f) 5N-10h

La falta de un aumento o disminución del coeficiente de fricción es probable que se deba a la saturación de la mezcla a causa de los porcentajes usados con las nano partículas de titanio, lo cual pudo afectar la red cristalina de la matriz de la aleación de aluminio de tal forma que al aplicarle una carga durante cierto tiempo a las muestras con titanio, el desgaste no se viera afectado con la adición de esta.

La figura 20 (a, b) muestra el comportamiento obtenido de la pérdida de volumen contra el porcentaje de nano partículas de titanio en las diferentes horas de molienda y a las diferentes cargas trabajadas en las muestras en verde. La pérdida de volumen debido a la fricción fue conseguida a través de la ecuación 2, según la norma ASTM G-99.



Figura 20. Gráfica de Volumen perdido vs % NPTsTi a diferentes cargas y horas de molienda. (a) 5 horas de molienda, (b) 10 horas de molienda

Como se puede observar en la figura 20a, la mayor pérdida de volumen debido a la fricción se da cuando se aplica una carga de 5 N a las muestras y en mayor medida a la muestra que no contiene nano partículas de titanio, también se puede ver que la pérdida de volumen es menor en las muestras que fueron molidas durante 10 h con respecto a las que fueron sometidas a 5 h de molienda, esto, debido al tiempo que los polvos de la aleación de aluminio y de las nano partículas de titanio estuvieron en la molienda mecánica, en donde a mayor tiempo de molienda mayor unión entre la matriz y el refuerzo, por ende, un material más inalterable.

4.1.2 Prueba de microdureza

En la figura 21 (a, b) se puede observar el comportamiento de la dureza en las muestras obtenidas en verde y sinterizadas al 60, 70 y 80 % de la temperatura de fundición del aluminio (660°C); aquí se ve que la adición de las nano partículas de titanio no aumentó la dureza de la aleación de aluminio AlSi₁₀Mg en ninguno de los 4 casos anteriormente mencionados, por el contrario, al hacerles el tratamiento térmico, bajó la dureza con

respecto a las muestras que estaban en verde, solo en dos puntos de la figura 21b hubo un aumento de la dureza en comparación con los resultados obtenidos de las muestras en verde, estos puntos fueron: con 7.5% de las nano partículas de titanio y 10% de las mismas, sinterizadas al 70%.



Figura 21. Gráfica de dureza HV vs % de NPTsTi. a) 5 horas de molienda, en verde y sinterizadas al 60, 70 y 80 % de la temperatura de fundición del aluminio b) 10 horas de molienda, en verde y sinterizadas al 60, 70 y 80 % de la temperatura de fundición del aluminio

La disminución de la dureza al hacer el sinterizado se debe al proceso que se le está realizando, el cual es un envejecimiento a las muestras con el aluminio como matriz y es así como se ve afectada la dureza, ya que cuando se les hace el envejecimiento a las muestras, se genera un arreglo de los átomos, liberando esfuerzos, lo cual provoca la disminución en los valores de dureza.

Lo anteriormente mencionado también va ligado al porcentaje de saturación de la mezcla, ya que se cree que al haber entrado en estado sólido el reforzamiento de las nano partículas de titanio, se creó un estado de saturación entre estas y la matriz de AlSi₁₀Mg, lo cual generó una deformación en la red cristalina de la aleación de aluminio, originándose la disminución de la dureza al agregarle las NPTsTi; este tipo de disminución debido a la saturación de un elemento en un material también se vio en el trabajo realizado por García-Villareal [68].

4.2 ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL

4.2.1 Microscopio electrónico de barrido (MEB)

En las figuras 22 y 23 se pueden observar las imágenes obtenidas mediante el microscopio electrónico de barrido, para las diferentes horas de molienda y para las diferentes temperaturas de sinterización junto con las imágenes de las muestras en verde. Las temperaturas de sinterización se obtuvieron según la literatura, la cual recomienda un sinterizado entre el 60% y 80% de la temperatura de fusión del material que se encuentra en mayor cantidad. En este caso la temperatura de sinterizado se realizó al 60%, 70% y 80% de la temperatura de fusión de la aleación de aluminio AlSi₁₀Mg, la cual se tomó de 660°C.

En estas imágenes vemos que en las muestras sinterizadas se formaron dendritas debido al calentamiento y al enfriamiento al cual fueron expuestas estas. También se observan los granos de la aleación de aluminio al igual que las aglomeraciones de las nano partículas de titanio (partículas de color blanco) en las muestras que las poseen.

De igual manera se puede ver que al sinterizar las muestras se ve una estructura más homogénea y compacta con respecto a las muestras que no se sinterizaron, esto es debido al calor al cual estuvieron expuestas las pastillas, ya que al estar al 60%, 70% y 80% de la temperatura de fusión de la aleación de aluminio, la matriz se emblandeció logrando así unificar de forma más homogénea las nano partículas de titanio.

También se nota que no se encuentra una gran diferencia en las microestructuras con respecto a las tres temperaturas de sinterización, ya que entre estas no hay mucha diferencia de grados Celsius, sin embargo, sí cambia un poco la forma de la formación de dendritas, de los granos de la aleación de aluminio AlSi₁₀Mg y de los aglomerados de titanio.

	0% NPsTi – 5h	5% NPsTi – 5h	7.5% NPsTi – 5h	10% NPsTi – 5h
Sin sinterizar				
Sinterizado a 396°C				
Sinterizado a 462°C				
Sinterizado a 528°C				

Figura 22. Imágenes SEM comparativas entre temperaturas de sinterización y sin sinterizar con diferentes %s de nanopartículas de titanio al mismo tiempo de molienda (5h) y con magnificación de 400X.

	0% NPsTi – 10h	5% NPsTi – 10h	7.5% NPsTi – 10h	10% NPsTi – 10h
Sin sinterizar				
Sinterizado a 396°C				
Sinterizado a 462°C				
Sinterizado a 528°C				

Figura 23. Imágenes SEM comparativas entre temperaturas de sinterización y sin sinterizar con diferentes %s de nano partículas de titanio al mismo tiempo de molienda (10 h) y con magnificación de 400X.

4.2.1 Difracción de rayos X (DRX)

En esta sección se discutirá acerca de los resultados obtenidos mediante el equipo de rayos X, los cuales se muestran en la figura 24 a-h.





Figura 24 a-h. Difractogramas de las muestras en verdes y las sinterizadas con sus respectivas horas de molienda

Las imágenes obtenidas mediante la difracción de rayos x nos muestran los diferentes elementos que se encuentran en las muestras del material con y sin las nano partículas de titanio, los picos de los elementos más distinguibles en todas las gráficas son las del aluminio y el silicio, las cuales se encuentran en mayor cantidad en el material, mientras que el magnesio y el titanio no se alcanzan a ver en todos los difractogramas debido a que el difractometro de rayos x no logra detectar cantidades menores al 5% del material.

En las imágenes que contiene 5% de las nano partículas de titanio no se alcanzan a observar estas, y se observa por primera vez, en la gráfica con 5% NPTsTi de 10 h de molienda un pico de óxido de magnesio, el cual no es observable en la gráfica que contiene igual cantidad de nano partículas pero a 5 h de molienda, esto debido al tiempo de molienda, ya que al estar expuesto a mayor tiempo de mezcla (10 horas), esta fue más homogénea, por lo cual, es probable que los planos cristalinos del óxido de magnesio presente en el material se encuentren organizados de tal forma que los rayos x lo logran detectar.

A partir de la gráfica 22 d, se puede determinar la presencia de óxido de magnesio. Además, debido al incremento en la concentración del óxido de titanio, picos asociados a esta fase también son visibles a partir de la gráfica 22 e. Existe una clara tendencia que indica el aumento en la intensidad de los picos conforme la temperatura de sinterización también aumenta. Debido a lo anterior, es altamente probable que un incremento en la temperatura favorezca la reorganización de los átomos hacia posiciones que favorecen las reflexiones de los rayos x en los planos asociados a los picos que aumentan de intensidad.

CAPÍTULO 5: CONCLUSIONES

Aquí se presenta los hallazgos obtenidos en la investigación realizada acerca del procesamiento y el estudio preliminar de un material compuesto de una aleación de aluminio AlSi10Mg reforzado con nano partículas de titanio

5. CONCLUSIONES

- Se identificaron los elementos químicos del material compuesto mediante la difracción de rayos x, tanto para las muestras en verde, como para las que fueron sinterizadas.
- Mediante microscopia electrónica de barrido se pudo obtener las diferentes microestructuras del material y por medio de EDS se cuantifico la presencia de aluminio, silicio, magnesio, titanio y, oxigeno como agente externo, lo cual explica la formación del óxido de magnesio y el óxido de titanio observados en las microestructuras y en el DRX.
- La adición de las nano partículas de titanio no influyó en el coeficiente de fricción de forma positiva ni negativa, ya que la adición de estas saturó la mezcla, causando un modificación de la red cristalina de la matriz, en donde la fricción entre el pin y las muestras con titanio no tuvo una variación significativa.
- A mayor carga en las pruebas de tribología, menor fue el coeficiente de fricción, por lo cual hay más desgaste en las muestras, ya que a mayor peso que se le aplique a una superficie va ocurrir un deterioro mayor.
- Al adicionarle nano partículas de titanio a la aleación de aluminio (AlSi₁₀Mg) la dureza Vickers disminuyo tanto para la molienda de 5 horas como para la de 10 horas, aunque para esta última molienda se reflejó un aumento general de la dureza en comparación con los resultados obtenidos de la molienda de 5 horas.
- El sinterizado que se le realizó a las muestras generó una disminución en la dureza, para amabas horas de molienda, en comparación a las muestras en verde, debido a la saturación que se presentó en la mezcla por parte de las nano partículas de titanio, lo que generó una alteración de la estructura cristalina haciendo que la dureza disminuyera la dureza.

- La sinterización que se le realizó a las muestras ayudó a tener una microsestructura más homogénea con respecto a las que se encuentran sin sinterizar, ya que al estar expuestos a una temperatura cerca a la de fusión de la matriz, esta se emblandeció logrando una mejor unificación de los elementos.
- No existe gran diferencia entre las microestructuras sinterizadas, ya que las temperaturas no tuvieron una gran variación entre ellas, solo un 10%.
- El tratamiento térmico hecho en las muestras al 80% de la temperatura de fusión del aluminio, ayudó a una mejor acomodación de los átomos de los elementos presentes en el material compuesto, lo cual ayudó a la identificación de estos y las fases creadas debido al tratamiento.
- Es probable que la sinterización haya ayudado a la creación de los óxidos creados en las muestras, ya que en las muestras sin sinterizar no se identificaron óxidos mediante los rayos x, esto a causa del tiempo de enfriamiento que se hace después del calentamiento, donde se hace más propenso el material a absorber mayor cantidad de oxígeno.

6. BIBLIOGRAFÍA

- da Costa, C.E., F.V. López, and J.M.T. Castelló, *Materiales compuestos de matriz metálica. I parte. Tipos, propiedades, aplicaciones.* Revista de metalurgia, 2000. 36(3): p. 179-192.
- Rodríguez-Spitia, A., et al., *Efecto del reprensado en las propiedades mecánicas de guías de válvulas fabricadas por pulvimetalurgia*. Revista de Metalurgia, 2017.
 53(1): p. 087.
- FIGUEROA, J.S., FABRICACION DE ALEACIONES INNOVADORAS EN BASE COBRE USANDO ALEADO MECANICO PARA EVALUAR LA FACTIBILIDAD DE SU USO COMO MATERIAL DE REVESTIMIENTO EN EDIFICACION. 2011, Universidad Austral de Chile.
- 4. Wu, G., et al., A nanostructural design to produce high ductility of high volume fraction SiCp/Al composites with enhanced strength. Materials & Design, 2014.
 61: p. 141-145.

- 5. Alonso, F.L., *El aluminio y su aplicación al grabado*. Studium: Revista de humanidades, 2008(14): p. 329-349.
- 6. Pérez-Velásquez, S., et al., *Efecto del porcentaje de refuerzo frente al desgaste en compuestos de matriz metálica sinterizados con descarga luminiscente anormal.* Revista de Metalurgia, 2016. 52(1): p. 059.
- Miracle, D.B., et al., *ASM handbook*. Vol. 21. 2001: ASM international Materials Park, OH.
- 8. Cantor, B., H. Assender, and P. Grant, *Aerospace materials*. 2015: CRC Press.
- 9. Heinz, A., et al., *Recent development in aluminium alloys for aerospace applications*. Materials Science and Engineering: A, 2000. **280**(1): p. 102-107.
- 10. Peters, M., et al., *Titanium alloys for aerospace applications*. Advanced engineering materials, 2003. **5**(6): p. 419-427.
- 11. Breuer, U.P., Commercial aircraft composite technology. 2016: Springer.
- Mangalgiri, P., Composite materials for aerospace applications. Bulletin of Materials Science, 1999. 22(3): p. 657-664.
- 13. Singerman, S., J. Jackson, and M. Lynn. *Titanium metal matrix composites for aerospace applications*. in *Superalloys 1996, proceedings of eighth international symposium on superalloys*. 1996.
- 14. Casati, R. and M. Vedani, *Metal matrix composites reinforced by nano-particles a review*. Metals, 2014. **4**(1): p. 65-83.
- Fang, Z.Z., et al., *Powder metallurgy of titanium-past, present, and future.* International Materials Reviews, 2018. 63(7): p. 407-459.
- Nassar, A.E. and E.E. Nassar, *Properties of aluminum matrix Nano composites* prepared by powder metallurgy processing. Journal of king saud university-Engineering sciences, 2017. 29(3): p. 295-299.
- Stupenengo, F., *Materiales y materias primas*. F. Stupenego, Materiales y materias primas (pág. 7). Barranquilla: materiales compuestos, 2011.
- Irving, P. and C. Soutis, *Polymer composites in the aerospace industry*. 2014: Elsevier.
- 19. Blewett, D.K., Wilbur & Orville Wright: A Bibliography Commemorating the One-Hundredth Anniversary of the First Powered Flight, December 17, 1903

(Monographs in Aerospace History, No. 27). Air Power History, 2003. 50(1): p. 50-51.

- 20. Mazumdar, S., *Composites manufacturing: materials, product, and process engineering.* 2001: CrC press.
- Gupta, M. and R. Srivastava, Mechanical properties of hybrid fibers-reinforced polymer composite: A review. Polymer-Plastics Technology and Engineering, 2016. 55(6): p. 626-642.
- Li, X., J. Shang, and Z. Wang, *Intelligent materials: a review of applications in* 4D printing. Assembly Automation, 2017. 37(2): p. 170-185.
- MAYA, L.S.A. and L.V. Useche, *Materiales compuestos inteligentes*. Scientia et technica, 2004. 2(25).
- 24. Jaglinski, T., et al., *Composite materials with viscoelastic stiffness greater than diamond*. Science, 2007. **315**(5812): p. 620-622.
- 25. Li, D., et al., New ductile laminate structure of Ti-alloy/Ti-based metallic glass composite with high specific strength. Journal of materials science & technology, 2018. 34(4): p. 708-712.
- Pingkarawat, K. and A. Mouritz, Comparative study of metal and composite z-pins for delamination fracture and fatigue strengthening of composites. Engineering Fracture Mechanics, 2016. 154: p. 180-190.
- VANEGAS, L.V., *Diseño de elementos de máquinas*. 2018, Pereira, Colombia: Universidad Tecnológica de Pereira.
- 28. Berns, H., Comparison of wear resistant MMC and white cast iron. Wear, 2003.
 254(1-2): p. 47-54.
- Shirasu, K., et al., Potential use of CNTs for production of zero thermal expansion coefficient composite materials: An experimental evaluation of axial thermal expansion coefficient of CNTs using a combination of thermal expansion and uniaxial tensile tests. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2017. 95: p. 152-160.
- Chawla, N. and K. Chawla, *Metal-matrix composites in ground transportation*. JoM, 2006. 58(11): p. 67-70.

- Chawla, K.K., *Ceramic matrix composites*. 2013: Springer Science & Business Media.
- 32. Advani, S.G. and K.-T. Hsiao, *Manufacturing techniques for polymer matrix composites (PMCs)*. 2012: Elsevier.
- Sathishkumar, T., S. Satheeshkumar, and J. Naveen, *Glass fiber-reinforced polymer composites–a review*. Journal of Reinforced Plastics and Composites, 2014. 33(13): p. 1258-1275.
- Frank, E., F. Hermanutz, and M.R. Buchmeiser, *Carbon fibers: precursors, manufacturing, and properties.* Macromolecular materials and engineering, 2012.
 297(6): p. 493-501.
- 35. Moral, A. and M. Nogueira, Materiales de ultima generación y materiales eficientes: materiales compuestos-composites. Universidad de Granada, Escuela Técnica Superior de Arquitectura, Granada, España, 2007.
- 36. Chawla, N. and Y.L. Shen, *Mechanical behavior of particle reinforced metal matrix composites*. Advanced engineering materials, 2001. **3**(6): p. 357-370.
- 37. Callister, W.D., *Introducción a la ciencia e ingeniería de los materiales*. Vol. 1.
 1995: Reverté.
- Shirvanimoghaddam, K., et al., Carbon fiber reinforced metal matrix composites: Fabrication processes and properties. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2017. 92: p. 70-96.
- da Costa, C.E., F.V. López, and M.T. Castelló, Materiales compuestos de matriz metálica. II parte. Métodos de procesado y consolidación de MMCs reforzados con partículas. Revista de metalurgia, 2000. 36(3): p. 193-197.
- 40. Lawley, A. and D. Apelian, *Spray forming of metal matrix composites*. Powder metallurgy, 1994. **37**(2): p. 123-128.
- Lloyd, D., Particle reinforced aluminium and magnesium matrix composites. International materials reviews, 1994. 39(1): p. 1-23.
- 42. Prieto Alfonzo, R.J., Fabricación de materiales compuestos de matriz metálica y base grafito para aplicaciones de control térmico en dispositivos electrónicos. 2012.

- 43. Zohdi, T., Computational optimization of the vortex manufacturing of advanced materials. Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering, 2001.
 190(46-47): p. 6231-6256.
- Hashim, J., L. Looney, and M. Hashmi, *Metal matrix composites: production by the stir casting method*. Journal of materials processing technology, 1999. 92: p. 1-7.
- 45. Guerrero, A.R., *"Fabricación de materiales compuestos grafito/aleaciones de aluminio mediante infiltración bajo presión de gas.* 2016, Universitat d'Alacant-Universidad de Alicante.
- Xiu, Z., et al., *Microstructure and tensile properties of Si3N4p/2024Al composite fabricated by pressure infiltration method*. Materials & Design, 2012. 33: p. 350-355.
- 47. Kainer, K.U., *Basics of metal matrix composites*. 2006: Wiley Online Library.
- Aghajanian, M., et al., *The fabrication of metal matrix composites by a pressureless infiltration technique*. Journal of Materials Science, 1991. 26(2): p. 447-454.
- Kumar, S.S., V.S. Bai, and T. Rajasekharan, *Aluminium matrix composites by* pressureless infiltration: the metallurgical and physical properties. Journal of Physics D: Applied Physics, 2008. 41(10): p. 105403.
- 50. Oh, S., J. Cornie, and K. Russell, Wetting of ceramic particulates with liquid aluminum alloys: Part II. Study of wettability. Metallurgical transactions A, 1989.
 20(3): p. 533-541.
- Pech-Canul, M., R. Katz, and M. Makhlouf, *Optimum conditions for pressureless infiltration of SiCp preforms by aluminum alloys*. Journal of Materials Processing Technology, 2000. 108(1): p. 68-77.
- 52. Penagos, J.I.C., *Caracterización de materiales a través de medidas de microscopía electrónica de barrido (SEM)*. Elementos, 2013. **3**(3): p. 133-146.
- 53. Goldstein, J., *Practical scanning electron microscopy: electron and ion microprobe analysis.* 2012: Springer Science & Business Media.
- Cullity, B., *Elements of X-Ray Diffraction. Massachusetts–EUA*. 1956, Addison-Wesley Publishing Company, Inc.

- 55. Lee, M., X-ray diffraction for materials research: from fundamentals to applications. 2017: Apple Academic Press.
- 56. Stachowiak, G. and A.W. Batchelor, *Engineering tribology*. 2013: Butterworth-Heinemann.
- 57. Kasdin, N.J., *Dynamics of Particles and Rigid Bodies [Book Review]*. IEEE Control Systems Magazine, 2006. **26**(6): p. 115-116.
- Luengo López, Ó., Estudio tribológico de fricción y desgate de capas de aleación NiP. 2008.
- 59. Bhushan, B., *Introduction to tribology*. 2013: John Wiley & Sons.
- 60. Tabor, D., *The hardness of metals*. 2000: Oxford university press.
- 61. Herrmann, K., *Hardness testing: principles and applications*. 2011: ASM International.
- 62. Calleja, F.B. and S. Fakirov, *Microhardness of polymers*. 2007: Cambridge University Press.
- Li, Y., K. Ramesh, and E. Chin, *The mechanical response of an A359/SiCp MMC and the A359 aluminum matrix to dynamic shearing deformations*. Materials Science and Engineering: A, 2004. 382(1-2): p. 162-170.
- 64. ASTM G99, Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus. Annual Book of ASTM Standards, 1999. **3**: p. 401.
- 65. E3-11, A., *Standard guide for preparation of metallographic specimens*. ASTM Copyright, 2011: p. 1-12.
- 66. Archard, J., *Contact and rubbing of flat surfaces*. Journal of applied physics, 1953.
 24(8): p. 981-988.
- 67. Voort, G., *Results of an ASTM E-4 Round-Robin on the Precision and Bias of Measurements of Microindentation Hardness Impressions.* Factors That Affect the Precision of Mechanical Tests, 1987: p. 3-39.
- 68. García-Villarreal, S., et al., *Effect of cooling rate on the microstructure of Al-Zn alloys with addition of silicon as nanocomposite.* Advances in Materials Science and Engineering, 2013. **2013**.
APÉNDICE



0% de NPsTi a 5 horas de molienda, sin sinterizar y con magnificación de 400X



5% de NPsTi a 5 horas de molienda, sin sinterizar y con magnificación de 400X



7.5% de NPsTi a 5 horas de molienda, sin sinterizar y con magnificación de 400X



10% de NPsTi a 5 horas de molienda, sin sinterizar y con magnificación de 400X



0% de NPsTi a 5 horas de molienda, sinterizado a 396°C y con magnificación de 400X



5% de NPsTi a 5 horas de molienda, sinterizado a 396°C y con magnificación de 400X



7.5% de NPsTi a 5 horas de molienda, sinterizado a 396°C y con magnificación de 400X



10% de NPsTi a 5 horas de molienda, sinterizado a 396°C y con magnificación de 400X



0% de NPsTi a 5 horas de molienda, sinterizado a 462°C y con magnificación de 400X



5% de NPsTi a 5 horas de molienda, sinterizado a 462°C y con magnificación de 400X



7.5% de NPsTi a 5 horas de molienda, sinterizado a $462^{\circ}\mathrm{C}$ y con magnificación de $400\mathrm{X}$



10% de NPsTi a 5 horas de molienda, sinterizado a 462°C y con magnificación de 400X



0% de NPsTi a 5 horas de molienda, sinterizado a 528°C y con magnificación de 400X



5% de NPsTi a 5 horas de molienda, sinterizado a 528°C y con magnificación de 400X



7.5% de NPsTi a 5 horas de molienda, sinterizado a 528°C y con magnificación de 400X



10% de NPsTi a 5 horas de molienda, sinterizado a 528°C y con magnificación de 400X



0% de NPsTi a 10 horas de molienda, sin sinterizar y con magnificación de $400 \mathrm{X}$



5% de NPsTi a 10 horas de molienda, sin sinterizar y con magnificación de $400 \mathrm{X}$



7.5% de NPsTi a 10 horas de molienda, sin sinterizar y con magnificación de 400X



10% de NPsTi a 10 horas de molienda, sin sinterizar y con magnificación de 400X



0% de NPsTi a 10 horas de molienda, sinterizado a 396°C y con magnificación de 400X



5% de NPsTi a 10 horas de molienda, sinterizado a 396°C y con magnificación de 400X



7.5% de NPsTi a 10 horas de molienda, sinterizado a 396°C y con magnificación de



10% de NPsTi a 10 horas de molienda, sinterizado a 396°C y con magnificación de 400X



0% de NPsTi a 10 horas de molienda, sinterizado a 462°C y con magnificación de 400X



5% de NPsTi a 10 horas de molienda, sinterizado a 462°C y con magnificación de 400X



7.5% de NPsTi a 10 horas de molienda, sinterizado a 462°C y con magnificación de 400X



10% de NPsTi a 10 horas de molienda, sinterizado a 462°C y con magnificación de



0% de NPsTi a 10 horas de molienda, sinterizado a 528°C y con magnificación de 400X



5% de NPsTi a 10 horas de molienda, sinterizado a 528°C y con magnificación de 400X



7.5% de NPsTi a 10 horas de molienda, sinterizado a 528°C y con magnificación de



10% de NPsTi a 10 horas de molienda, sinterizado a 528°C y con magnificación de